

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭63-141908

⑬ Int.Cl.<sup>4</sup>

A 61 K 7/00

識別記号

庁内整理番号

7306-4C

⑭ 公開 昭和63年(1988)6月14日

審査請求 未請求 発明の数 1 (全8頁)

⑮ 発明の名称 乳化型化粧料

⑯ 特 願 昭61-288129

⑰ 出 願 昭61(1986)12月3日

⑱ 発 明 者 森 憲 治 神奈川県小田原市城山3丁目17番21号

⑲ 出 願 人 鐘 紡 株 式 会 社 東京都墨田区墨田5丁目17番4号

明 細 書

1. 発明の名称

乳化型化粧料

2. 特許請求の範囲

(1) グルコシルセラミド類及び／又はセラミド類と、カルボキシビニルポリマーの水溶性塩と、界面活性剤と、油性物質と、水とを配合してなる油相／水相型または、水相／油相型の乳化型化粧料。

8. 発明の詳細な説明

(技術分野)

本発明は、グルコシルセラミド類及び／又は、セラミド類と、カルボキシビニルポリマーの塩と、界面活性剤と、油性物質と、水とを配合してなる油相／水相型(以下、O/W型と略記する)または水相／油相型(以下、W/O型と略記する)の分散状態を呈する乳化型化粧料に関する。

更に詳しくは、保存安定性、皮膚安全性及び実用特性(延展性、粘稠性、保湿度、耐水性)等に優れた乳化型化粧料に関する。

(従来技術)

従来より、O/W型またはW/O型の乳化組成物の保存安定性を高める為、種々の増粘剤(ゲル化剤)が用いられている。

例えば、水溶性の増粘剤としては、ビーガム、キサンタンガム、ペクチン、カラギナン、カルボキシビニルポリマーの塩等が適用され、油性の増粘剤としては、有機ベントナイト、シロコ脂脂肪酸エステル、デキストリン脂肪酸エステル等が知られている。

しかし、これらの増粘剤を単独で配合してなる乳化組成物は、保存安定性は充分でなく、他に、アニオン型、ノニオン型、カチオン型等の界面活性剤を高濃度に併用することが不可欠であった。また、この界面活性剤を高濃度に配合してなる乳化組成物を化粧料の基剤として適用する乳化型化粧料であつては、実用特性に於て、(1)「伸び」(延展性)が悪い、(2)「べとつき感」、「ぬめり感」がある(粘稠性が悪い)、(3)耐水性に劣り、発汗などにより化粧くずれが生じ易い、等々の欠

点が有り、更には、皮膚安全性に劣る等、種々の問題点を有し、必ずしも満足出来るものではなかった。

#### (発明の開示)

そこで、本発明者は、種々の増粘剤を配合せる乳化型化粧料に関して鋭意研究した結果、グルコシルセラミド類及び／又はセラミド類と、カルボキシビニルポリマーの水溶性塩と、界面活性剤と、油性物質と、水とを配合してなるO/W型またはW/O型乳化型化粧料は、前記の問題点を悉く解決することを見出し本発明を完成するに至った。

#### (発明の目的)

即ち、本発明の目的は、保存安定性、皮膚安全性及び実用特性(延展性、粘稠性、保湿度、耐水性)に優れたO/W型またはW/O型乳化型化粧料を提供するにある。

#### (発明の構成)

本発明は、グルコシルセラミド類及び／又はセラミド類と、カルボキシビニルポリマーの水溶性塩と、界面活性剤と油性物質と、水とを配合して

10 cm 四方形の大きさに切除した後、表皮側を接地面として、95℃のホットプレート上に1～2分間放置し、次いで表皮をかき取り、減圧下で乾燥して乾燥表皮200gを得る。

- ② この表皮を細切し、表皮細切物に対して3～4倍量のクロロホルム-メタノール混液(クロロホルム：メタノール=2：1，v/v)800gを加え攪拌して粗脂質を抽出し、抽出残渣を戸別する。抽出残渣については、更に2回、クロロホルム-メタノール混液(クロロホルム：メタノール=1：1，v/v)次いで、クロロホルム：メタノール=1：2，v/v)を加え、同様に粗脂質の抽出を行い、次に、8回の抽出で得られた粗脂質抽出物の総量に0.2倍量の0.75wt%塩化カリウム水溶液を混和し、静置後分取したクロロホルム層を減圧下濃縮して総脂質固分25gを得る。
- ③ この総脂質に約20倍容のアセトン50gと、0.2倍容の10wt%塩化マグネシウムメタノール溶液5gを混和し、放置した後、沈殿物

なる油相/水相型または、水相/油相型の乳化型化粧料である。

#### (=発明の構成=)

本発明に係るグルコシルセラミド類及びセラミド類は、人、豚、牛、馬、羊等の哺乳動物の表皮に微量に存在する化合物であつて、[バイオケミストリー、アンド、フィジオロジー、オブ、ザ、スキン、第368頁～第381頁(Biochemistry and Physiology of the Skin, Oxford University Press, Inc. 1988 New York)；ジャーナル、オブ、リビッド、リサーチ 第24巻 1988年 第181頁～第140頁(Journal of Lipid Research Volume 24, 1988)等を参照]、これらの動物表皮より通常の抽出方法にて得ることが可能である。

例えば、ミニブタの表皮よりグルコシルセラミド類及びセラミド類を得る方法は下記の通りである。

#### (実験例)

- ① ミニブタ(Miniature Pigs Gottingen)100頭の水洗刈毛した背部皮膚を採取し、これを

(残渣)を戸別し分取する。更にこの沈殿物をアセトンで洗浄し乾燥して12gの残渣を得る。

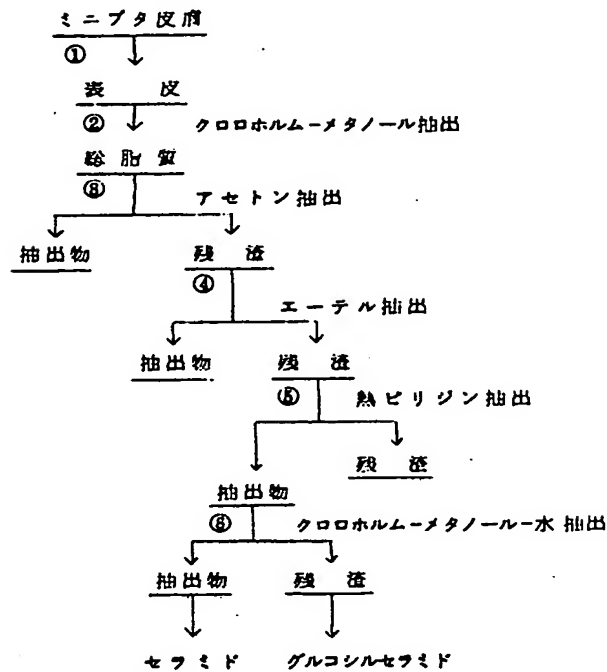
- ④ この沈殿物に3～4倍容のエーテル50gを加え混和し、放置した後、沈殿物(残渣)を戸別分取し、更にエーテルで洗浄し乾燥6gの沈殿物(残渣)を得る。
  - ⑤ このアセトン及びエーテルで洗浄した沈殿物を3～4倍容の熱ピリジン10gに溶解し、半日間冷却放置した後、沈殿物(残渣)を戸別し、得られた戸液(抽出物)を減圧乾固してグルコシルセラミド及びセラミド固分2.5gを得る。
  - ⑥ 更にこのグルコシルセラミド及びセラミドの混合物に3～4倍のクロロホルム-メタノール-水混液(クロロホルム：メタノール：水=25：25：1，v/v)10gを加え抽出処理を行い戸別して、抽出物と沈殿に分け抽出物を減圧乾固して1.8gのセラミドが、一方沈殿物(残渣)を減圧乾固して0.6gのグルコシルセラミドが各々得られた。(第1表参照)
- 以上の抽出操作により得られるグルコシルセラ

ミドは、主にN-アシルグルコシル-スフィンゴシン、N-( $\alpha$ -ヒドロキシアシル)-グルコシルフィトスフィンゴシン、N-( $\alpha$ -ヒドロキシアシル)-グルコシルスフィンゴシン、N-アシルグルコシルフィトスフィン1-(8'-O-アシル)グルコシル等の混合物であり、またセラミドは、N-アシルスフィンゴシン、N-( $\alpha$ -ヒドロキシアシル)-フィトスフィンゴシン、N-アシルフィトスフィンゴシン等の混合物である。

(以下省略)

第 1 表

(セラミド及びグルコシルセラミド抽出法略)



本発明に於いて、グルコシルセラミド及びセラミドは、各々単独で、もしくは両者の混合物として配合すればよく、当該化粧料の総量を基準として0.2～5.0重量%（以下、wt%と略記する）が好ましい。0.2wt%未満では保存安定性に劣り、また、5.0wt%を超えては、剤型の外観特性及び粘稠性等の実用特性が劣化する。

本発明に用いるカルボキシビニルポリマーの水溶性塩は、周知の遊離酸型のカルボキシビニルポリマー（例えば米商グアドリッチ社製のカーボポール940等）と苛性ソーダ、苛性カリ、アルカノールアミン等の塩基性物質とからなる塩であり、その水溶液のPH値は、5.0～8.0である。

カルボキシビニルポリマーの塩の配合量は、当該化粧料の総量を基準として、0.05～2.0wt%である。0.05wt%未満では、保存安定性は充分ではなく、また2.0wt%を超えては、剤型の外観特性及び実用特性が劣化する。

また、界面活性剤は、乳化型化粧料に通常用いられている乳化剤であつて、アニオン型、カチオ

ン型、ノニオン型等の界面活性剤の一種または二種以上が適用される。その配合量は、総量を基準として、2.0～7.0wt%が好適である。

本発明に用いる油性物質は、公知の化粧料用の油性原料であつて、例えば、油類、ワックス類、炭化水素類、エステル油類、高級アルコール類、高級脂肪酸類等が挙げられる。

これらの油性物質は、化粧料の種類、剤型及びその目的等に応じて一種または二種以上を選択して適用される。その配合量は、当該化粧料の総量を基準として通常10～70wt%である。

また、水は、通常もちいられている精製水であつて、イオン交換樹脂で処理した脱イオン精製水または蒸留水等が適用され、その配合量は、総量を基準として20～85wt%にすることが好ましい。

尚、本発明の乳化型化粧料には、上記の他に、界面活性剤、香料、防腐剤、保湿剤、顔料、色素、等々の通常の化粧料用原料を、本発明の目的を達成する範囲で適宜配合することができる。

また、本発明の乳化型化粧品は、スキนครリーム、スキン乳液、マッサージクリーム、クレンジングクリーム、ヘアークリーム、メイクアップベース、ハンドクリーム等、その他多くの乳液状またはクリーム状化粧品に適用される。

#### (実施例)

以下、実施例にて本発明を説明する。

実施例に記載の保存安定性、皮膚安全性、実用特性、に関する試験法は、下記の通りである。

#### (1) 保存安定性試験

試料を45℃の恒温室に8ヶ月間保存した後、試料の外観と乳化状態を観察して、異常が認められない場合（乳化状態及び粒子が均一である）は良好とし、異常が認められる場合（油が分離した場合、粒子が粗大になった場合等）は不良とした。

#### (2) 皮膚安全性試験

被験者25名の前腕屈側部の皮膚に、試料0.05gを直径1.0cmの円型のリント布のついたパッチテスト用絆創膏を用いて24時間閉塞貼布した後、下記の判定基準に従い、各試料について被験

れまたは髪の乱れが少ない」と回答した人数で示した。

実施例1～6、比較例1～4

#### 〔O/W型スキนครリーム〕

下記の組成のごとく、前記実施例で得たセラミド、グルコシルセラミド類及び、カルボキシビニルポリマーの水溶性塩等の増粘剤を第2表に記載の通りに配合して各々のO/W型スキนครリームを調製し、前記の諸試験を実施した。

#### (1) 組 成

	原 料 成 分	配合量 wt%
(A)	・ 増粘剤等	第2表に記載
(B)	・ 流動パラフィン	15.0
	・ ステアリン酸	5.0
	・ セタノール	8.0
	・ ミツロウ	2.0
	・ ソルビタンセスキオレエート	8.0
	・ POEソルビタンモノオレエート(20EO)	1.0
(C)	・ グリセリン	5.0
	・ メチルパラベン	0.1
	・ 精製水	残 量

者25名の皮膚の状態を評価判定した。

判定結果は、絆創膏除去1時間後及び24時間後のうち反応の強い方を採用し、評価が(±)以上の人の数で示した。

#### 判 定 基 準

判 定 基 準	評 価
紅斑、浮腫、水泡	(+++)
紅斑、浮腫	(++)
紅斑	(+)
軽微な紅斑	(±)
無紅斑	(-)

#### (3) 実用特性試験（延展性、粘稠性、保湿性、耐水性）

被験者20名が試料を10日間連用した後、試料の特性を評価した。

試験結果は、延展性、粘稠性、保湿性、耐水性等の試験項目に対して、各々「塗布時の伸びが良い」、「べとつき感またはぬめり感が無い」、「皮膚がしっとりとする」、「汗による化粧くず

尚、比較例1には、(B)成分のPOEソルビタンモノオレエート(20EO)を8.5wt%に増量し、(C)成分中には、上表の他に、セチルアルコール硬酸エステルNa塩を0.5wt%添加配合した。

#### (2) 調製法

(A)成分の内、グルコシルセラミド及びセラミドは(B)成分中に混合し、他の成分を(C)成分中に混合して、(B)、(C)成分を各々80℃に加熱溶解した。次いで、(B)、(C)成分を混合して、攪拌しつつ80℃迄冷却して各スキนครリームを調製した。

#### (3) 特 性

第2表に示すごとく、界面活性剤を高濃度に配合した比較例1は、保存安定性は良好であるが、皮膚安全性及び実用特性に於て好ましい結果は得られず、また、グルコシルセラミド、セラミド、及びカルボキシビニルポリマーの水溶性塩を各々単独で配合した比較例2～4は、明らかに保存安定性に劣るものであった。

本発明の乳化型化粧品である実施例1～6は、諸試験の総てに優れた特性を示し、本発明の効果

は明らかであった。

実施例7～11、比較例5～8

〔W/O型ハンドクリーム〕

実施例1と同様に、下記組成にて、各々のW/O型ハンドクリームを調製し、諸試験を実施した。

(1) 組成

	原料成分	配合量wt%
(A)	・増粘剤	第8表に記載
(B)	・流動パラフィン	85.0
	・固型パラフィン	5.0
	・ステアリン酸	5.0
	・セタノール	8.0
	・ミツロウ	2.0
	・ソルビタンセスキオレエート	8.0
	・POEソルビタンモノオレエート(20EO)	0.5
(C)	・グリセリン	8.0
	・マルチトール	10.0
	・メチルパラベン	0.1
	・精製水	残量

(1) 組成

	原料成分	配合量wt%
(A)	・増粘剤等	第4表に記載
(B)	・流動パラフィン	20.0
	・イソプロピルミリステート	5.0
	・ステアリン酸	5.0
	・セタノール	8.0
	・ミツロウ	2.0
	・ソルビタンセスキオレエート	8.0
	・POEソルビタンモノオレエート(20EO)	0.5
(C)	・グリセリン	8.0
	・セタノール硫酸エステルNa塩	0.2
	・顔料	8.0
	・メチルパラベン	0.1
	・精製水	残量

(3) 特性

本発明の乳化型化粧料である実施例12、18は、諸試験の総てに優れた特性を示した。

実施例14、15

尚、比較例5には、(B)成分のソルビタンセスキオレエートを5.0wt%に増量し、(C)成分中には、上表の他に、ステアリン酸カルシウムを8.5wt%添加した。

(3) 特性

第8表に示すごとく、界面活性剤を高濃度に配合した比較例5は、保存安定性は良好であるが、皮膚安全性及び実用特性に於て好ましい結果は得られず、また、グリコシルセラミド又は、セラミド又は、カルボキシビニルポリマーの水溶性塩を各々単独で配合した比較例6～8は、明らかに保存安定性に劣るものであった。

本発明の乳化型化粧料である実施例7～11は、諸試験の総てに優れた特性を示した。

実施例12～18、比較例9

〔O/W型メイクアップベース〕

実施例1と同様に、下記の組成にて、各々のO/W型メイクアップベースを調製し、諸試験を実施した。

〔W/O型ヘアークリーム〕

実施例1と同様に、下記の組成にて、各々のW/O型ヘアークリームを調製し、諸試験を実施した。

(1) 組成

	原料成分	配合量wt%
(A)	・増粘剤等	第4表に記載
(B)	・流動パラフィン	45.0
	・固形パラフィン	5.0
	・ステアリン酸	5.0
	・セタノール	8.0
	・ミツロウ	2.0
	・ソルビタンセスキオレエート	8.0
	・ソルビタンモノオレエート	8.0
	・POEソルビタンモノオレエート(20EO)	0.5
(C)	・グリセリン	8.0
	・マルチトール	10.1
	・メチルパラベン	0.1
	・精製水	残量

## (3) 特 性

第4表に示すごとく、本発明の乳化型化粧料である実施例14, 15は、諸試験の総てに優れた特性を示した。

(以下余白)

第 2 表

	(A) 原料成分 [配合量 wt%]	保存安定性	(人) 皮膚安全性	実 用 特 性 (人)			
				延展性	粘稠性	保湿度	耐水性
比較例1	■ POEソルビタンモノオレエート(20EO) [2.5] ■ セタノール硬酸エステルNa塩 [0.5]	良好	5	8	2	8	4
・ 2	■ ニブタセラムイド [1.5]	不良	—	—	—	—	—
・ 8	■ ニブタグルコシルセラムイド [1.5]	—	—	—	—	—	—
・ 4	■ カルボキシビニルポリマーのソーダ塩 [1.5]	—	—	—	—	—	—
実施例1	■ ニブタセラムイド [0.5] ■ カルボキシビニルポリマーのソーダ塩 [1.0]	良好	0	12	14	18	12
・ 2	■ ニブタセラムイド [0.5] ■ カルボキシビニルポリマーのカリウム塩 [1.0]	—	0	14	18	12	18
・ 8	■ ニブタセラムイド [0.5] ■ カルボキシビニルポリマーのジイソプロパノールアミン塩 [1.0]	—	0	16	15	15	16
・ 4	■ ニブタグルコシルセラムイド [1.0] ■ カルボキシビニルポリマーのソーダ塩 [0.5]	—	0	17	16	15	16
・ 5	■ ニブタグルコシルセラムイド [1.0] ■ カルボキシビニルポリマーのカリウム塩 [0.5]	—	0	17	17	17	18
・ 6	■ ニブタグルコシルセラムイド [1.0] ■ カルボキシビニルポリマーのジイソプロパノールアミン塩 [0.5]	—	0	18	18	15	15

■ …… 前記組成に添加した原料成分及びその配合量

第 8 表

	(A) 原料成分 〔配合量wt%〕	保存安定性	(人) 皮膚安全性	実用特性(人)			
				延展性	粘着性	保湿度	耐水性
比較例5	■ソルビタンセスキオレート [2.0] ■ステアリン酸カルシウム [8.5]	良好	8	2	8	6	9
・ 6	■ニブタセラミド [8.0]	不良	—	—	—	—	—
・ 7	カルボキシビニルポリマーのカリウム塩 [8.0]	・	—	—	—	—	—
・ 8	カルボキシビニルポリマーのジソプロパノールアミン塩 [2.0]	・	—	—	—	—	—
実施例7	■ニブタセラミド [2.0] カルボキシビニルポリマーのソーダ塩 [1.0]	良好	0	12	11	18	16
・ 8	■ニブタセラミド [2.0] カルボキシビニルポリマーのカリウム塩 [1.0]	・	0	18	12	14	16
・ 9	■ニブタセラミド [2.0] カルボキシビニルポリマーのジソプロパノールアミン塩 [1.0]	・	0	16	16	17	18
・ 10	■ニブタセラミド [1.0] ・ グルコシルセラミド [1.0] カルボキシビニルポリマーのソーダ塩 [1.0]	・	0	16	17	17	18
・ 11	■ニブタセラミド [1.5] ・ グルコシルセラミド [0.5] カルボキシビニルポリマーのカリウム塩 [1.0]	・	0	17	18	16	16

■……前記組成に添加した原料成分及びその配合量

第 4 表

	(A) 原料成分 〔配合量wt%〕	保存安定性	(人) 皮膚安全性	実用特性(人)			
				延展性	粘着性	保湿度	耐水性
比較例 9	カルボキシビニルポリマーのジソプロパノールアミン塩 [2.0]	不良	—	—	—	—	—
実施例12	■ニブタグルコシルセラミド [1.0] カルボキシビニルポリマーのソーダ塩 [1.0]	良好	0	15	16	15	17
・ 13	■ニブタグルコシルセラミド [1.0] カルボキシビニルポリマーのカリウム塩 [1.0]	・	0	17	17	17	16
・ 14	■ニブタセラミド [1.0] カルボキシビニルポリマーのソーダ塩 [1.0]	・	0	14	18	15	16
・ 15	■ニブタセラミド [1.0] カルボキシビニルポリマーのカリウム塩 [1.0]	・	0	18	17	17	18

( 発明の効果 )

以上記載のごとく、本発明は、保存安定性、皮膚安全性及び延展性、粘稠性、保湿性、耐水性等の実用特性に優れた有用なる乳化型化粧品を提供することが明らかである。

特許出願人 鐘 紡 株 式 会 社

